DIALOG(R) File 351: Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014487755

WPI Acc No: 2002-308458/ 200235

& MAGNETIC ALLOYS (REEL-N)

XRAM Acc No: C02-089806 XRPX Acc No: N02-241357

Nano granular thin film used as magnetic recording medium, comprises ferromagnetic fine particle of preset mean particle diameter, dispersed in preset amount of non-magnetic matrix, and has preset cohesive force Patent Assignee: DENKI JIKI ZAIRYO KENKYUSHO (DEJI); FOUND RES INST ELEC

2 1 3 **2** / 1

Inventor: IWASA T; MASUMOTO T; WATANABE M

Number of Countries: 002 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week
JP 2001273622 A 20011005 JP 2000132996 A 20000328 200235 B
US 20010036563 Al 20011101 US 2001818654 A 20010328 200235

Priority Applications (No Type Date): JP 2000132996 A 20000328 Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 2001273622 A 6 G11B-005/65 US 20010036563 A1 G11B-005/64

Abstract (Basic): JP 2001273622 A

NOVELTY - A nano granular thin film comprises ferromagnetic fine particle having mean diameter of 20 nm or less, dispersed in non-magnetic matrix. The non-magnetic matrix composition is 40 atom% or more. The film has cohesive force of 160 kA/m or more. The composition of ferromagnetic fine particle is expressed by preset formula.

DETAILED DESCRIPTION - The composition of ferromagnetic fine particle is expressed by (FeaCol-a)1-xPtx, where x=0.3-0.7 and a=0.1-1. An INDEPENDENT CLAIM is also included for magnetic recording medium.

USE - As magnetic recording medium for recording disks.

ADVANTAGE - The magnetic recording medium excellent in thermal stability and ultra high densification, is formed using the nano granular thin film.

pp; 6 DwgNo 0/4

Title Terms: NANO; GRANULE; THIN; FILM; MAGNETIC; RECORD; MEDIUM; COMPRISE; FERROMAGNETIC; FINE; PARTICLE; PRESET; MEAN; PARTICLE; DIAMETER; DISPERSE; PRESET; AMOUNT; NON; MAGNETIC; MATRIX; PRESET; COHERE; FORCE

Derwent Class: L03; T03; V02

International Patent Class (Main): G11B-005/64; G11B-005/65

International Patent Class (Additional): H01F-010/16

File Segment: CPI; EPI

Manual Codes (CPI/A-N): L03-B02B2

Manual Codes (EPI/S-X): T03-A01A1A; T03-A01C1; V02-A01A2

IS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-273622 (P2001-273622A)

(43)公開日 平成13年10月5日(2001.10.5)

(51) Int.Cl.7

識別記号

F I G 1 1 B テーマコート*(参考) 5 D O O 6

G11B 5/65 H01F 10/16

G11B 5/65 H01F 10/16

5E049

審査請求 未請求 請求項の数4 書面 (全 6 頁)

(21)出願番号

特願2000-132996(P2000-132996)

(22)出願日

平成12年3月28日(2000.3.28)

(71)出額人 000173795

財団法人電気磁気材料研究所

宫城県仙台市太白区八木山南2丁目1-1

(72)発明者 渡辺 雅人

宫城県仙台市太白区八木山香澄町33番3号

チサンマンション八木山香澄町406号

(72)発明者 岩佐 忠義

宫城県亘理郡山元町山寺字北泥沼99番地

(72)発明者 増本 健

宫城県仙台市青菜区上杉3丁目8番22号

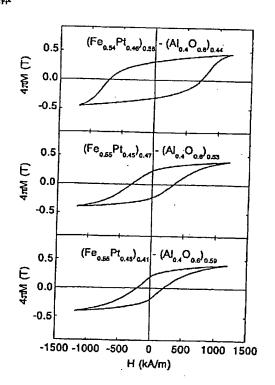
Fターム(参考) 5D006 BB01 BB06 BB07 DA03 FA09

5E049 AA01 AA04 AA09 ACOO BA06

(57)【要約】

【課題】本発明は、最大で800kA/m以上の保磁力を有し、熱的安定性に優れ超高密度化に対応した磁気記録媒体を提供することにある。

【解決手段】本発明は、106 J/m³以上の結晶磁気異方性を有する貴金属系規則合金をベースとし、グラニュラー粒径20nm以下のナノグラニュラー構造を有する薄膜からなるため、熱的安定性に優れると同時に最大で800kA/m以上の高保磁力を示す。これらベースとなる規則合金は耐食性に優れ、さらに磁性グラニュールは非磁性マトリクスで覆われているため良好な耐食性を示す。



【特許請求の範囲】

【請求項2】非磁性マトリクス中に平均粒径20 n m以下の強磁性微粒子を分散させたナノグラニュラー薄膜において、該強磁性微粒子の組成が一般式(Fe_a Co $_1-a$) $_1-x$ Pd $_x$ で表され、その原子組成比が0.3 \le x \le 0.7、0.1 \le a \le 1であり、非磁性マトリクス組成が40at%以上であり、160kA/m以上の保磁力を有することを特徴とするナノグラニュラー薄膜。

【請求項3】非磁性マトリクス中に平均粒径20 n m以下の強磁性微粒子を分散させたナノグラニュラー薄膜において、該強磁性微粒子の組成が一般式(Fe_aCo_{1-a}) $_1-x$ (Pt_bPd_{1-b}) $_x$ で表され、その原子組成比が0. $3 \le x \le 0$. 7、0. $1 \le a \le 1$ 、0 < b < 1 であり、非磁性マトリクス組成が40at%以上であり、160kA/m以上の保磁力を有することを特徴とするナノグラニュラー薄膜。

【請求項4】請求項1ないし請求項3のいずれか1項に 記載されたナノグラニュラー薄膜を用いてなることを特 徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

[0,001]

【産業上の利用分野】本発明は、非磁性マトリクス中に ナノスケールの結晶磁気異方性の非常に大きな貴金属系 規則合金が分散したナノグラニュラー薄膜に関するもの であり、将来の超高記録密度を必要とする場合にも対応 した磁気記録媒体としての利用が可能である。

[0002]

【従来の技術】現在ハードディスクなどで用いられている面内磁気記録媒体において、製品として10Gbit/inch²(Gbpi)程度の記録密度が達成されているが、その増加率は年率60%以上であり、急速なスピードで記録密度が増加している。従来の媒体材料を用いたまま記録密度をあげていくと、1つの記録ビットを構成する結晶粒の数が低下するため、記録時のS/N比が大きく低下することが知られており、媒体として記録密度の向上に対応するためには、より媒体組織の微細化が心要とされる。

【0003】現在記録媒体として用いられている材料は、面内あるいは垂直磁気記録を問わずCo-Cr系合金薄膜である。この系において高密度化に対応した改良が年々なされており、6Gbpi程度の市販媒体におい

ては13nm程度の結晶粒径のものが使われるようになっている。また、最近では結晶粒径10nm以下のCo-Cr系薄膜を用いて、35Gbpi以上の記録密度のテストもなされるようになっている。しかしながら、この材料系はhcp-Coの結晶磁気異方性をベースとしており、hcp-Coの超常磁性の臨界径が7nm程度であることから、熱的安定性の面から問題が指摘されるようになっている。熱的安定性の面から問題が指摘されるようになっている。熱的安定性の指標となるのは熱安定度因子 $K_U\cdot V/kT$ であり、対象となる温度Tと磁性体の単位体積Vが一定であるとするならば、一軸異方性定数 K_U の大きな材料が熱的安定性に優れることになる。

【0004】また、結晶粒(グラニュール)間の分離が明瞭であり、低ノイズの媒体が得やすいことからナノグラニュラー媒体の研究も行われるようになっている。ナノグラニュラー組織とは、酸化物などのマトリクス中にナノスケールのグラニュールが分散して存在する組織をいう。初期にはFeあるいはFe‐Coをベースとしたナノグラニュラー組織の研究がなされ、得られる保磁力は160kA/m程度とさほど大きくはなかったが、媒体ノイズは極めて低いことが確認されている。その後、106 J/m³以上の結晶磁気異方性を持つCoPtをベースとしたナノグラニュラー媒体の研究も行われるようになっている。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】以上述べたように、現在使用されているCo-Cr系薄膜媒体はベースとなるhcp-Coの結晶磁気異方性が105J/m³のオーダであるため、現状から大幅な記録密度の向上を狙って10nm以下の粒径まで結晶粒の微細化を行えば、熱的安定性に優れた媒体を期待することはできない。また、Co-Cr系媒体は合金薄膜であり、結晶粒間に相互作用を分断するものは基本的に存在しないため、大幅な低ノイズ化を狙うのは困難である。

【0006】本発明は、106 J/m³オーダの結晶磁気異方性を有するFePtあるいはFePdなどの規則合金をベースとするため熱的安定性に優れた特徴を有すると同時に、ナノグラニュラー構造からなるので、低ノイズを達成することができ、今後の超高密度化対応磁気記録媒体を提供するものである。

[0007]

【課題を解決するための手段】超高密度化に対応した磁気記録媒体として、第一に要求されるのは組織の微細化である。本発明は酸化物、フッ化物、非磁性金属など非磁性マトリクス中にナノスケールオーダの磁性体グラニュールが分散したグラニュラー組織からなるもので、高密度化と低ノイズに対応した微細構造を有している。ここで、ナノグラニュラー構造を表記する際に、Fe-SiO2のようにグラニュール材料(Fe)とマトリクス材料(SiO2)をハイフンで繋いで表すものとする。

このような組織は、非磁性マトリクス材料とグラニュール磁性材料とを、スパッタ法などを用いた同時蒸着を行うことによって容易に得ることができる。

【0008】組織微細化に伴って生じてくる問題は熱的 安定性の問題である。本発明のベースとなっている規則 合金はいずれも 10^6 J/m³ 以上の一軸結晶磁気異方性定数 K_U を有しており、熱的安定性に優れたものである。特に、FePt規則合金は 7×10^6 J/m³ の K_U と 1.45 Tの飽和磁化 $4\pi M_S$ の値を有しており、その室温における超常磁性臨界径は約3 nmであり、従って5 nm以下のグラニュール径まで微細化することも可能な材料である。同じPt系規則合金であるC oPtの K_U と $4\pi M_S$ の値はそれぞれ 4×10^6 J/m³ と 1.0 Tであり、これに対してFePtは異方性だけではなく飽和磁化の値においても大きいため、媒体用磁性材料として非常に優れたものである。

【0009】また、角型性に優れたヒステリシスが得られるため、異方性軸の揃った組織である方が媒体として望ましい。FePd規則合金においては、不規則相から規則相への変態過程において磁場を印加することで、印加磁場方向に近い方向にある不規則相のバリアントが規則相のc軸になることが知られている。従って、FePd系においては、磁場印加による異方性軸制御の可能性も存在している。

【0010】本発明の特徴とするところは次の通りである。第1発明は、非磁性マトリクス中に平均粒径20 n m以下の強磁性微粒子を分散させたナノグラニュラー薄膜において、該強磁性微粒子の組成が一般式(Fe_aCo_{1-a}) $_{1-x}$ Pt_x で表され、その原子組成比が 0.3 \leq x \leq 0.7,0.1 \leq a \leq 1 であり、非磁性マトリクス組成が40at%以上であり、160kA/m以上の保磁力を有することを特徴とするナノグラニュラー薄膜に関する。

【0011】第2発明は、非磁性マトリクス中に平均粒径20 n m以下の強磁性微粒子を分散させたナノグラニュラー薄膜において、該強磁性微粒子の組成が一般式(Fe_aCo_{1-a}) $_{1-x}Pd_x$ で表され、その原子組成比が $0.3 \le x \le 0.7$, $0.1 \le a \le 1$ であり、非磁性マトリクス組成が40at%以上であり、160kA/m以上の保磁力を有することを特徴とするナノグラニュラー薄膜に関する。

【0012】第3発明は、非磁性マトリクス中に平均粒径20nm以下の強磁性微粒子を分散させたナノグラニュラー薄膜において、該強磁性微粒子の組成が一般式($Fe_aCo_{1-a})_{1-x}$ ($Pt_bPd_{1-b})_x$ で表され、その原子組成比が $0.3 \le x \le 0.7$ 、 $0.1 \le a \le 1$ 、0 < b < 1 であり、非磁性マトリクス組成が40at%以上であり、160kA/m以上の保磁力を有することを特徴とするナノグラニュラー薄膜。

【0013】第4発明は、請求項1ないし請求項3のい

すれか1項に記載されたナノグラニュラー薄膜を用いてなることを特徴とする磁気記録媒体に関する。

[0014]

【作用】以上述べたように本発明は106 J/m³オーダの磁気異方性を有する規則合金をベースとしたナノグラニュラー薄膜に関するものであり、スパッタ法、真空蒸着法などの物理蒸着法によって容易に作製することができる。成膜直後に得られる薄膜は不規則相からなるため規則化のための熱処理が心要となるが、最大で800kA/m以上の保磁力を得ることができる。

【0015】規則化に要する熱処理温度は非磁性マトリクス材料の種類によって異なり、酸化物、窒化物あるいはフッ化物の場合、熱処理によるグラニュールの成長が抑えられる代わりに、熱処理温度が高くなる傾向がある。一方、非磁性金属をマトリクスとして用いた場合には規則化に要する熱処理温度は低い傾向が見られる。マトリクスの種類に関わらず、グラニュール材料の充填率が高い場合には、同じ熱処理温度でも高い保磁力が得られる傾向がある。

[0016]

【実施例】以下に図面を参照して本発明の実施例を詳細 に説明する。

〔実施例1〕(FeaCo₁-a)₁-xPtxベース グラニュラー薄膜

(FeaCol-a)_{1-x}Pt_xベースグラニュラー 薄膜は、2元イオンビームスパッタ装置を用いて、ガラス基板上およびSiウェファ上に成膜を行った。最終到達真空度は 4×10^{-5} Pa以下で、イオンビーム加速電圧は500Vである。磁性体用ターゲットとしては、Feターゲット上にCoおよびPtチップを対称に配置した複合ターゲットを用いた。マトリクス材料用ターゲットとしては、Al、AgおよびMgF₂ターゲットを用い、Al₂O₃およびAINマトリクスの場合には成膜中に基板付近に酸素および窒素ガスを供給した。

【0017】図1に(Feo. 55Pto. 45)
0.47-(Alo. 4Oo. 6)0.53グラニュラー薄膜のX線回折パターンを示す。773Kの熱処理温度までは、FePt相はほとんど規則化していないため、超常磁性的な挙動を示す。923K以上の熱処理温度でFePtの規則相に対応するビークが確認され始め、強磁性的なヒステリシスを示すようになる。Al2O3に対応するピークは観測されないため、アモルファス状態であると考えられる。

【0018】図2に923Kで1時間熱処理を行ったマトリクス組成の異なる(Fe-Pt)-Al₂O₃グラニュラー薄膜のヒステリシスループを示す。Al酸化物マトリクス組成が小さく、FePtグラニュールの充填率が高い場合において、高保磁力が得られていることがわかる。他のマトリクスにおいても同様な傾向が確認できる。

湖南 多沙 建丁二

【0019】図3にマトリクス組成の異なる(Fe-Pt)-Al₂O₃グラニュラー薄膜のグラニュール粒径 D、保磁力Hc、抵抗率ρの熱処理温度Ta依存性を示す。923K以上の熱処理温度で規則化が起き始めるため、この温度以上で急速に保磁力が発生し始め、最大で800kA/m以上の高保磁力が得られることがわかる。また、Al酸化物マトリクス組成が小さい場合に、高保磁力が得られることがわかる。粒径Dは923K以上の熱処理温度で急速に増加するが、マトリクス組成が小さい場合には1023Kの熱処理温度でも10nm以下のDに抑えられていることがわかる。抵抗率ρはグラニュール間の組織的な結合状態を示すが、マトリクス組成が一番大きい場合に測定不能な領域まで抵抗率が上昇

し、グラニュール間の分離が明瞭であると考えられる。 【0020】図4に550℃で1時間熱処理を行ったマトリクス組成の異なる(Fe-Pt)-Agグラニュラー薄膜のヒステリシスループを示す。最大で800kA/m以上の高保磁力が得られていることがわかる。Agマトリクスの場合には比較的低い熱処理温度で、高保磁力が得られていることがわかる。

【0021】表1に、Coを添加したA1酸化物以外のマトリクスのグラニュラー薄膜における保磁力、残留磁化、およびグラニュール粒径の値をまとめて示す。

[0022]

【表1】

(Fe_aCo_{1-a})_{1-x}Pt_xペースグラニュラー薄膜の保磁力 H_c・残留磁化 4πM_r・グラニュール粒径 D

組成	熱処理温度 ・時 間	保磁力 H _C	残留 磁化 4πM,	グラニ ュール 粒径 D
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.57} Pt _{0.43}) _{0.55} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.45}	923 K • 3.6 ks	650 kA/m	0.21 T	14 nm
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.56} Pt _{0.44}) _{0.46} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.54}	923 K · 3.6 ks	380 kA/m	0.19 T	8 nm
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.57} Pt _{0.43}) _{0.39} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.61}	923 K • 3.6 ks	200 kA/m	0.18 T	4 nm
((Fe _{0.4} Co _{0.6}) _{0.54} Pt _{0.46}) _{0.48} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.52}	923 K • 3.6 ks	310 kA/m	0.13 T	7 nm
((Fe _{0.3} Co _{0.7}) _{0.53} Pt _{0.47}) _{0.48} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.52}	923 K - 3.6 ks	280 kA/m	0.12 T	8 nm
((Fe _{0.9} Co _{0.1}) _{0.52} Pt _{0.48}) _{0.56} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.44}	923 K • 3.6 ks	680 kA/m	0.21 T	15 nm
((Fe _{0.9} Co _{0.1}) _{0.52} Pt _{0.48}) _{0.43} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.57}	923 K • 3.6 ks	410 kA/m	0.18 T	9 nm
((Fe _{0.6} Co _{0.4}) _{0.52} Pt _{0.48}) _{0.58} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.42}	923 K - 3.6 ks	780 kA/m	0.22 T	18 nm
((Fe _{0.6} Co _{0.4}) _{0.52} Pt _{0.48}) _{0.41} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.59}	923 K • 3.6 ks	450 kA/m	0.16 T	5 nm
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.53} Pt _{0.48}) _{0.54} - (Mg _{0.94} F _{0.66}) _{0.48}	923 K • 3.6 ks	600 kA/m	0.17 T	11 nm
$((Fe_{0.8}Co_{0.2})_{0.53}Pt_{0.48})_{0.45} - (Mg_{0.34}F_{0.86})_{0.55}$	923 K • 3.6 ks	390 kA/m	0.14 T	7 nm

【0023】〔実施例2〕(Fe_aCo_{1-a}) $_{1-x}$ (Pt_bPd_{1-b}) $_x$ ベースグラニュラー薄膜(Fe_aCo_{1-a}) $_{1-x}$ (Pt_bPd_{1-b}) $_x$ ベースグラニュラー薄膜は、2元イオンビームスパッタ装置を用いてガラス基板および<math>Siウェファ上に作製を行った。作製方法および作製条件は実施例1と同様であ

る.

【0024】表2に(Fe_aCo_{1-a}) $_{1-x}$ (Pt_bPd_{1-b}) $_x$ グラニュラー薄膜における保磁力、残留磁化、グラニュール粒径の値をまとめて示す。

[0025]

【表2】

 $(Fe_aCo_{1-a})_{1-x}(Pt_bPd_{1-b})_x$ ベースグラニュラー薄膜の保磁力 H_c ・残留磁化 $4\pi M_r$ ・グラニュール粒径 D

組成	熱処理温度 ・時 間	保磁力 H _C	残留 磁化 4πM _r	グラニ ュール 粒径 D
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.57} Pd _{0.43}) _{0.55} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.45}	923 K • 3.6 ks	180 kA/m	0.21 T	12 nm
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.56} Pd _{0.44}) _{0.46} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.54}	923 K - 3.6 ks	155 kA/m	0.19 T	10 nm
((Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{0.57} Pd _{0.43}) _{0.39} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.61}	923 K - 3.6 ks	121 kA/m	0.18 T	7 nm
((Fe _{0.9} Co _{0.1}) _{0.54} (Pt _{0.9} Pd _{0.1}) _{0.46}) _{0.48} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.52}	923 K • 3.6 ks	720 kA/m	0.21 T	13 nm
((Fe _{0.9} Co _{0.1}) _{0.53} (Pt _{0.5} Pd _{0.5}) _{0.47}) _{0.48} - (Al _{0.4} O _{0.6}) _{0.52}	923 K - 3.6 ks	280 kA/m	0.18 T	12 nm
(Fe _{0.52} (Pt _{0.9} Pd _{0.1}) _{0.48}) _{0.56} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.44}	923 K • 3.6 ks	660 kA/m	0.22 T	. 21 nm
(Fe _{0.52} (Pt _{0.6} Pd _{0.4}) _{0.48}) _{0.55} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.45}	923 K • 3.6 ks	210 kA/m	0.21 T	18 nm
(Fe _{0.52} (Pt _{0.3} Pd _{0.7}) _{0.48}) _{0.56} - (Al _{0.5} N _{0.5}) _{0.44}	923 K • 3.6 ks	110 kA/m	0.18 T	19 nm
$(Fe_{0.53}(Pt_{0.6}Pd_{0.1})_{0.48})_{0.54} - (Mg_{0.34}F_{0.66})_{0.46}$	923 K · 3.6 ks	482 kA/m	0.17 T	20 nm
(Fe _{0.53} (Pt _{0.7} Pd _{0.3}) _{0.48}) _{0.54} - (Mg _{0.34} F _{0.66}) _{0.46}	923 K • 3.6 ks	245 kA/m	0.14 T	19 nm

[0026]

【発明の効果】本発明は、媒体の超高密度化に対応した FePt規則合金を代表とする規則合金をベースとした ナノグラニュラー媒体に関するものである。FePtおよびFePd規則合金は106 J/m³オーダの一軸結 晶磁気異方性を有し、従来の媒体材料がベースとしている hcp-Coの結晶磁気異方性よりも一桁大きいため、熱的安定性に優れ、より組織を微細化することが可能となる。特に、FePt規則合金はこれら貴金属系規則合金の中で、最も結晶磁気異方性と飽和磁化の値が大きいため、媒体用磁性材料として優れたものである。また、ナノグラニュラー組織であるため低ノイズである特徴を有し、グラニュール粒径は5nm以下まで小さくすることができるため、超高密度化に対応した媒体を得ることができる。保磁力の大きさは最大で800kA/m

以上の値を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

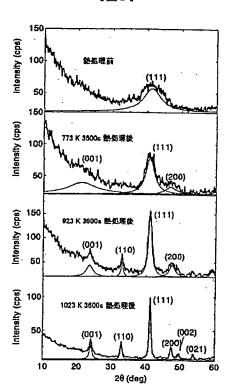
【図1】(Fe_{0.55}Pt_{0.45})_{0.47}-(Alo.40_{0.6})_{0.53}グラニュラー薄膜のX線回 折パターンを示す特性図である。

【図2】923Kで1時間熱処理を行ったマトリクス組成の異なる(Fe-Pt) $-Al_2O_3$ グラニュラー薄膜のヒステリシスループを示す特性図である。

【図3】マトリクス組成の異なる(Fe-Pt) -AI $_2$ O_3 グラニュラー薄膜のグラニュール粒径D、保磁力 Hc、抵抗率 ρ の熱処理温度依存性を示す特性図である。

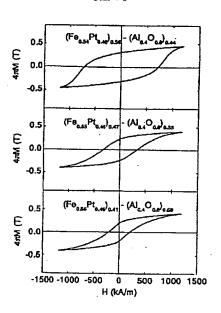
【図4】923Kで1時間熱処理を行ったマトリクス組成の異なる(Fe-Pt)-Agグラニュラー薄膜のヒステリシスループを示す特性図である。



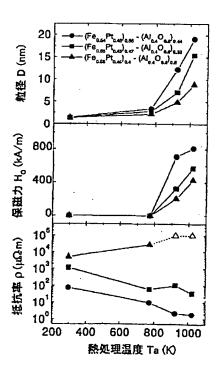


【図2】

þ



【図3】



【図4】

